

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12348:2018

Xuất bản lần 1

THỰC PHẨM ĐÃ AXIT HÓA – XÁC ĐỊNH pH

Acidified foods – Determination of pH

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 12348:2018 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 981.12
pH of Acidified Foods;

TCVN 12348:2018 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13
Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn
Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm đã axit hóa – Xác định pH

Acidified foods – Determination of pH

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định pH trong thực phẩm đã axit hóa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

3 Nguyên tắc

Giá trị pH là số đo hoạt độ ion H^+ . Đo chênh lệch điện thế giữa điện cực thủy tinh và điện cực so sánh được nhúng ngập trong mẫu thử.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước được sử dụng ít nhất đạt loại 3 theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

4.1 Dung dịch kali clorua bão hòa, khoảng 4 M, dùng để bảo quản điện cực so sánh

Cân khoảng 75 ± 1 g kali clorua, cho vào $250 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ nước, đun nhẹ để hòa tan, nếu cần.

4.2 Dung dịch đệm kali phthalat trong axit (dung dịch đệm chuẩn pH 4,0), 0,0496 M

Cân 10,12 g kali hydro phthalat ($KHC_8H_4O_4$) đã sấy trước ở $110^\circ C$ trong 2 h, hòa tan vào nước đựng trong bình định mức 1 lít và thêm nước đến vạch.

4.3 Dung dịch đệm phosphat (dung dịch đệm chuẩn pH 7,0), 0,0249 M

Cân 3,387 g kali dihydro phosphat (KH_2PO_4) và 3,533 g natri hydro phosphat (Na_2HPO_4), đã sấy trước ở 110 °C đến 130 °C trong 2 h trước khi sử dụng, hòa tan vào nước đựng trong bình định mức 1 lít và thêm nước đến vạch.

4.4 Dung dịch natri hydroxit, 0,1 M.

4.5 Dung dịch axit clohydric, 0,1 M.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

5.1 Máy đo pH, có thang chia độ $\leq 0,1$ đơn vị pH và độ tái lập là 0,05 đơn vị pH hoặc máy đo khác có màn hình hiện số với khả năng tương tự.

5.2 Bộ điện cực, gồm điện cực thủy tinh và điện cực so sánh calomel, đơn hoặc kết hợp.

Bảo quản điện cực so sánh calomel ngập trong dung dịch kali clorua bão hòa (4.1). Duy trì nhiệt độ ổn định khoảng 25 °C đối với điện cực, dung dịch đệm chuẩn và mẫu thử. Ngâm điện cực mới vài giờ trong nước cất hoặc nước đã khử ion trước khi sử dụng.

Bảo quản điện cực thủy tinh trong dung dịch đệm kali phthalat (4.2).

Nếu sử dụng điện cực kết hợp, bảo quản điện cực trong dung dịch đệm kali phthalat (4.2) và thêm vài giọt dung dịch kali clorua bão hòa (4.1).

Bảo quản các điện cực ngập hoàn toàn trong dung dịch bảo quản.

Trước khi sử dụng, rửa các điện cực bằng chính dịch lỏng cần đo pH. Nếu không đủ vật liệu mẫu thử thì rửa các điện cực bằng nước cất hoặc nước khử ion. Để trẻ trong đáp ứng của dụng cụ đo có thể cho thấy hiệu ứng lão hóa hoặc điện cực bị bẩn, cần làm sạch và làm mới các điện cực. Làm sạch các điện cực bằng cách ngâm 1 min trong dung dịch natri hydroxit 0,1 M (4.4) sau đó ngâm 1 min trong dung dịch axit clohydric 0,1 M (4.5). Lặp lại hai lần, cuối cùng rửa các điện cực trong dung dịch axit clohydric 0,1 M.

Dầu và mỡ từ mẫu thử có thể bám vào các điện cực, do đó phải làm sạch các điện cực bằng etyl ete và thường xuyên chuẩn hóa lại dụng cụ, thường là sau 3 phép xác định. Rửa kỹ các điện cực bằng nước trước khi tiến hành chuẩn hóa.

5.3 Sàng số 8.

5.4 Máy trộn.

5.5 Nồi cách thủy, có thể ổn định nhiệt độ ở $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

5.6 Nhiệt kế, có số đọc đến $0,1^{\circ}\text{C}$ hoặc có đầu dò nhiệt thích hợp.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc không bị thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

7 Cách tiến hành

7.1 Hiệu chuẩn máy đo pH

7.1.1 Hiệu chuẩn máy đo pH tương tự (analog)

Ghi lại nhiệt độ dung dịch đệm và cài đặt bộ kiểm soát bù nhiệt của dụng cụ ở nhiệt độ quan sát được (khoảng 25°C). Chuẩn hóa dụng cụ và điện cực bằng dung dịch đệm kali phthalat (4.2).

Rửa các điện cực bằng nước cất hoặc nước đã khử ion và dùng khăn mềm thấm (không được lau).

Nhúng điện cực vào dung dịch đệm và đọc pH, để máy đo ổn định 1 min. Điều chỉnh để máy đo đọc tương ứng với độ pH đã biết của dung dịch đệm (khoảng 4,0) đối với nhiệt độ môi trường. Rửa các điện cực bằng nước cất hoặc nước đã khử ion và thấm bằng khăn mềm.

Kiểm tra thang đo mở rộng của các máy đo pH với dung dịch đệm chuẩn pH 4,0 (4.2) hoặc pH 7,0 (4.3). Dung dịch đệm và máy đo pH có thể được kiểm tra thêm bằng cách so sánh với các giá trị thu được khi sử dụng máy đo pH chuẩn khác.

Kiểm tra khoảng hoạt động của điện cực chỉ thị bằng cách sử dụng 2 dung dịch đệm riêng biệt. Ví dụ, đầu tiên chuẩn hóa điện cực bằng cách sử dụng đệm pH 7,0 (4.3) ở 25°C . Điều chỉnh để máy đo đọc chính xác 7,0. Rửa các điện cực bằng nước, thấm bằng khăn mềm và nhúng trong dung dịch đệm pH 4,0. Nếu điện cực bị lỗi khi kiểm tra khoảng hoạt động thì cần phải hoạt hóa hoặc thay thế điện cực.

7.1.2 Hiệu chuẩn máy đo pH kỹ thuật số

Cân bằng nhiệt độ của các điện cực, dung dịch đệm và dung dịch mẫu thử ở cùng nhiệt độ (khoảng 25°C) và hiệu chuẩn máy đo pH (5.1) theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Cài đặt bộ kiểm soát bù nhiệt của dụng cụ ở nhiệt độ quan sát. Khuấy nhẹ trước khi xác định pH của dung dịch đệm hoặc dung dịch mẫu thử.

7.2 Máy đo pH kỹ thuật số có kiểm soát độ dốc

Chọn 2 dung dịch đệm chuẩn, tốt nhất là có pH khác nhau không quá 3 đơn vị và do đó độ pH dự kiến của mẫu được kiểm tra nằm trong dải của chúng, nghĩa là các dung dịch đệm chuẩn có pH 4,0 và 7,0. Để có kết quả chính xác nhất, chọn dung dịch đệm chuẩn có độ pH gần với pH của dung dịch cần được đánh giá. Đầu tiên chuẩn hóa máy đo trong dung dịch đệm pH có kiểm soát chuẩn hóa (pH 7,0) và sau đó kiểm soát độ dốc để chuẩn hóa máy đo trong dung dịch đệm pH 4,0. Quy trình này thiết lập đáp ứng (độ dốc) thiết bị thích hợp đối với điện cực pH cụ thể được sử dụng và kết quả cho số đọc pH chính xác hơn.

Đôi khi gặp khó khăn khi điện cực kết hợp bị trôi. Khi điều này xảy ra, xác định và hiệu chỉnh nguồn gây trôi điện cực. Nguyên nhân gây ra thường là do mối nối của điện cực so sánh.

7.3 Chuẩn bị mẫu thử theo dạng sản phẩm

Đối với mẫu dạng lỏng, để nhiệt độ cân bằng ở khoảng 25 °C và nhúng điện cực (5.2) trong phần mẫu thử dạng lỏng để xác định pH (xem 7.5).

Đối với mẫu dạng rắn, cho mẫu lên sàng số 8 (5.3) và trộn thành dạng nhão. Để nhiệt độ của hỗn hợp đã chuẩn bị cân bằng đến 25 °C và xác định pH.

Đối với mẫu gồm hỗn hợp cả dạng lỏng và dạng rắn, trộn các phần mẫu thử đại diện dạng lỏng và dạng rắn của mẫu thử với cùng tỷ lệ chất lỏng: chất rắn như mẫu ban đầu, trộn thành dạng nhão. Để nhiệt độ của hỗn hợp chuẩn đã chuẩn bị cân bằng đến 25 °C và xác định pH.

Nếu máy đo pH được trang bị thiết bị bù nhiệt thì có thể dùng thiết bị này để cân bằng các mẫu đến nhiệt độ xác định trong khoảng 25 °C ± 15 °C.

7.4 Chuẩn bị mẫu thử cụ thể

7.4.1 Đối với sản phẩm có pH chưa ổn định

7.4.1.1 Sản phẩm chứa cả thành phần rắn và lỏng

Chuyển lượng mẫu trong vật chứa lên sàng số 8 (5.3) đặt nghiêng góc từ 17° đến 20° trong 2 min để tách pha rắn - lỏng. Ghi lại khối lượng phần lỏng và phần rắn, bảo quản riêng hai phần.

Nếu phần chất lỏng chứa lượng dầu gây ra sai lệch điện cực, thì phải tách dầu và giữ lại lớp nước, điều chỉnh nhiệt độ đến 25 °C và xác định pH.

Lấy phần chất rắn còn trên sàng, trộn để thu được hỗn hợp bột nhão đồng nhất, điều chỉnh nhiệt độ đến 25 °C và xác định pH.

Trộn đều đến đồng nhất phần chất rắn và chất lỏng với cùng tỷ lệ như trong mẫu ban đầu. Điều chỉnh nhiệt độ đến khoảng 25 °C và xác định pH.

7.4.1.2 Các sản phẩm chứa dầu

Tách dầu ra khỏi phần chất rắn và trộn phần chất rắn thành bột nhão trong máy trộn (5.4). Thêm một lượng nước không lớn hơn 20 ml/100 g sản phẩm (nước không chứa cacbonic), nếu cần. Điều chỉnh nhiệt độ của hỗn hợp đến khoảng 25 °C, nhúng các điện cực và xác định pH.

7.4.1.3 Sản phẩm bán rắn (bánh pudding, salad khoai tây, v.v..)

Trộn phần mẫu thử thành dạng nhão, thêm lượng nước không chứa cacbonic với tỷ lệ từ 10 ml đến 20 ml cho mỗi 100 g sản phẩm, nếu cần. Điều chỉnh nhiệt độ của hỗn hợp đến khoảng 25 °C và xác định pH.

7.4.1.4 Hỗn hợp sản phẩm đặc biệt

Tách hết dầu, trộn đều phần sản phẩm còn lại thành dạng nhão, thêm lượng nước không chứa cacbonic với tỷ lệ từ 10 ml đến 20 ml cho mỗi 100 g sản phẩm, nếu cần. Điều chỉnh nhiệt độ của hỗn hợp đến khoảng 25 °C và xác định pH.

7.4.2 Sản phẩm có pH cân bằng

Nếu sản phẩm được bảo quản trong thời gian đủ lâu để cân bằng pH thì pH được xác định như sau:

7.4.2.1 Xác định pH trong vật chứa hỗn hợp

Mở vật chứa, nhúng điện cực và đo pH.

7.4.2.2 Sản phẩm ngâm dầu

Tách phần dầu theo 7.4.1.2 và đo pH.

7.5 Đo pH

Điều chỉnh nhiệt độ của phần mẫu thử đến khoảng 25 °C và cài đặt bộ kiểm soát bù nhiệt đến nhiệt độ quan sát được. Với một số máy đo pH có thang đo mở rộng, nhiệt độ mẫu thử phải bằng nhiệt độ dung dịch đệm được sử dụng để hiệu chuẩn.

Rửa điện cực và thấm bằng khăn mềm. Nhúng điện cực vào mẫu và đọc pH, để máy đo ổn định 1 min. Rửa và thấm điện cực bằng khăn mềm, sau đó lặp lại với phần mẫu thử mới.

Xác định 2 giá trị pH trên mỗi mẫu thử. Các số đọc gần bằng nhau cho thấy phần mẫu thử đã đồng nhất.

8 Biểu thị kết quả

Báo cáo kết quả độ pH đo được đến hai chữ số thập phân ở 25 °C.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) kết quả thử nghiệm thu được.
-